

(19) Patent Office of Japan (JP)

(11) Publication of Patent Application

No. 50161/1992

5 (12) PUBLICATION OF UNEXAMINED PATENT APPLICATION (A)

(51) Int. Cl. <sup>5</sup>	Identification	Intraoffice	No.
Reference	Symbol	Z	8924-4G
C 04 B 35/10	E		8924-4G

10

Request for Examination - Not requested

Number of claims - 2

---

(54) Title of the Invention: Method of producing high rigidity  
black alumina sintered material

15

(21) Patent Application No. 155053/1990

(22) Date of Application: June 15, 1990

(72) Inventor: Jun SUGAWARA,

c/o KUROSAKI CORPORATION, 1-1, Higashihama-machi,

20

Yahatanishi-ku, Kitakyushu-shi, Fukuoka

(72) Inventor: Katsumi HASHIMOTO,

c/o NIPPON STEEL CORPORATION, YAWATA WORKS,

1-1-1, Edamitsu, Yahatahigashi-ku, Kitakyushu-shi,  
Fukuoka

25

(71) Applicant for Patent: NIPPON STEEL CORPORATION,  
6-3, Otemachi 2-chome, Chiyoda-ku, Tokyo

(71) Applicant for Patent: KUROSAKI CORPORATION,  
1-1, Higashihama-machi,

Yahatanishi-ku, Kitakyushu-shi, Fukuoka

30

(74) Agent: Patent Attorney Masao INOUE

## SPECIFICATION

### 1. Title

Method of producing high rigidity black alumina sintered material

### 5 2. Claims

1. A method of producing high rigidity black alumina sintered material characterized by its black color by sintering a mixed powder containing 0.2 to 10 wt % of either one or more kinds of material from the group of TiC, TiC-TiN  
10 solid solution, NbC, ZrC, HfC, and TaC with a balance essentially consisting of alumina and sintering assistants under a non-pressurized inactive environment at temperatures of 1400-1900°C.

2. The method of producing high rigidity black alumina  
15 sintered material of claim 1 characterized in that 0.1 to 5 wt % of either one or more kinds of material from the group of  $Y_2O_3$ ,  $TiO_2$ , CaO, MgO,  $Cr_2O_3$ ,  $SiO_2$ , and  $ZrO_2$  are added as said sintering assistants.

### 3. Detailed description of the invention

#### 20 Field of the invention

The present invention relates to a method of producing black alumina sintered material of high rigidity. The black alumina sintered material of high rigidity can be widely applicable as a precision sliding member for air sliders and  
25 various X-Y tables because of its high rigidity, low specific weight and color.

It also can be widely applicable as a component for optical devices such as laser devices and ultraviolet exposure devices as those devices demand high rigidity and low specific weight  
30 from the standpoint of precision and black color from the standpoint of reflection from their components.

Prior art

Although the techniques of adding Cr and Co have been know to add color to alumina sintered materials, they only produce brown and blue colors, but not black.

As for black colored ceramics, various sintered materials added with pigments for chinaware are listed on "Ceramics" 18 (1983) No. 5. According to this publication, Co-Cr-Fe, Co-Mn-Fe, Co-Mn-Cr-Fe, Co-Ni-Cr-Fe, Co-Ni-Mn-Cr-Fe are available as black pigments, while Sn-Sb group and Zr-Si-Co-Ni group are available as gray pigments. These kinds of chinaware have very low rigidities so that they don't have any advantages against metallic materials.

Moreover, these pigments are expensive and unstable, and can cause bubbling or no coloring at all when sintered at high temperatures.

Therefore, they are good for baking at temperatures normally used for chinaware but cannot be used for sintering of alumina where temperatures over 1400°C are often used.

Thus, some sintered materials are added with large amounts, e.g., 10 wt% or more, of glass components in order to bake alumina at low temperatures, but the rigidities of those alumina sintered materials typically are typically as low as  $2.0$  to  $3.0 \times 10^4$  kgf/mm<sup>2</sup>.

Moreover, silicon carbide and "Black Ceramics" (alumina-TiC group) are known as black colored ceramics. As to Black Ceramics, Unexamined Patent Application Publication S51-6109 disclosed an alumina-TiC-TiN sintered material to be produced by HP (hot press) process, and Unexamined Patent Application Publication S51-6210 disclosed an alumina-TiC (15-60 wt%) - Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (0.039-1.575 wt%) sintered material to be produced by the HIP (hot isostatic press) process.

Black Ceramics include silicon nitride and sialon. Problems to be solved by the invention

As can be seen from the above, it is difficult to add black color alumina; even if it can be colored into a quasi-black color (e.g., gray), the rigidity becomes too low with Young's modulus ranging in the vicinity of  $3 \times 10^4$  kgf/mm<sup>2</sup> or less.

The costs of the aforementioned black color ceramics, i.e., silicon carbide and silicon nitride/sialon, are as expensive as over 10 times of the cost of alumina.

The problem of the Black Ceramics is that they require pressurized sintering processes such as HP and HIP, so that the sintering cost is too expensive.

Means of solving the problems

The above problems can be solved by sintering a mixed powder containing 0.2 to 10 wt % of either one or more kinds of material from the group of TiC, TiC-TiN solid solution, NbC, ZrC, HfC, and TaC with a balance essentially consisting of alumina and sintering assistants under a non-pressurized inactive environment at temperatures of 1400-1900°C.

This also makes it possible to obtain high rigidity black alumina sintered materials at low costs.

If more than 10 wt% of either one or more kinds of material from the group of TiC, TiC-TiN solid solution, NbC, ZrC, HfC, and TaC are added, the sintering of alumina will be hindered, and sintered materials of sufficient density cannot be achieved, thus lowering the rigidity, with the normal pressure sintering. If less than wt2% of such additives are added, an insufficient black coloring and poor mechanical properties result.

The loadings of 0.5-5 wt% are most preferable to achieve sufficiently black, dense, and high rigidity alumina sintered materials.

The grain size of the powder to be used as the raw material

should preferably be 5  $\mu\text{m}$  or less in the average diameter from the standpoint of sintering. If the grain size is larger than that, it will result in a sintered material of poor density, thus affecting the rigidity.

5 It is preferable to add 0.1 to 5 wt% of either one or more kinds of material from the group of  $\text{Y}_2\text{O}_3$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SiO}_2$ , and  $\text{ZrO}_2$  as sintering assistants. If the amount of sintering assistants is less than 0.1 wt%, it will result in a sintered material of insufficient density, while, if  
10 it is more than 5 wt%, Young's modulus of the sintered material will be too low.

A small amount of  $\text{Y}_2\text{O}_3$  gives a sufficient effect, so that the loading should preferably be 0.1-1 wt%. The loading for  $\text{TiO}_2$  should preferably be 0.5-5 wt%; the loading more than  
15 5 wt% is not recommendable, as it may cause abnormal grain growth.

Although  $\text{CaO}$  and  $\text{SiO}_2$  work effectively as the sintering assistant agents at the loading level of 0.5-3 wt%, the loading level any higher than that is undesirable as it will generate  
20 too much glass contents and degrade rigidity.

As  $\text{MgO}$ ,  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  and  $\text{ZrO}_2$  work effectively as alumina grain growth suppressants, and  $\text{TiC}$ ,  $\text{TiC-TiN}$  solid solution,  $\text{NbC}$ ,  $\text{ZrC}$ ,  $\text{HfC}$ , and  $\text{TaC}$  work also effectively as alumina grain growth suppressants, it is preferable that they are used in  
25 combination with the oxide grain growth suppressants.

The preferable levels of loading are 0.05-1 wt% for  $\text{MgO}$ , 0.3-5 wt% for  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ , and 1-5 wt% for  $\text{ZrO}_2$ .

If a sufficient amount of the above-mentioned sintering assistant agents is used and the level of loadings of  $\text{TiC}$ ,  
30  $\text{TiC-TiN}$  solid solution,  $\text{NbC}$ ,  $\text{ZrC}$ ,  $\text{HfC}$ , and  $\text{TaC}$  is low, dense sintering can be achieved at low temperatures; however, if sintered at temperatures lower than  $1400^\circ\text{C}$ , insufficient

densities result. If sintering is done at temperatures higher than 1900°C, on the other hand, alumina itself may develop a reduction process.

5 The sintering is performed in an environment of an inactive gas, such as He and Ar, without pressurization. It is not preferable to perform the sintering in an environment of an active gas such as nitrogen and hydrogen as reactions occur.

10 The sintered materials thus produced have black colors and provide high Young's moduli. In general, their Young's moduli range in  $3.8-4.2 \times 10^4$  kgf/mm<sup>2</sup>. The Young's moduli tend to be as high as  $3.5-3.8 \times 10^4$  kgf/mm<sup>2</sup> if the loadings of the sintering assistants, in particular, TiO<sub>2</sub> and SiO<sub>2</sub>, are 3-5 wt%.

15 Some embodiments of the present invention will be described below more specifically.

#### Embodiment 1

20 A mixed power consisting of 96.5 wt% of aluminum powder of a purity of 99.9% and an average powder diameter of 0.5 μm, 0.5 wt% of TiC powder of an average powder diameter of 1 μm, 0.5 wt% of Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, and 2 wt% of TiO<sub>2</sub> was added with 3 wt% of resin binder and was mixed in an alumina pot mill using water as the solvent for 24 hours.

25 The slurry was then dried into pellets and formed under a hydrostatic pressure of 2000 kg/cm<sup>2</sup>. The formed material is then sintered in an environment of Ar gas at a temperature of 1400°C for two hours. The bulk density of thus obtained sintered material was 98.7% of the theoretical density, Young's modulus was  $4.0 \times 10^4$  kgf/mm<sup>2</sup>, the bending strength is 45 kgf/mm<sup>2</sup>, and the color was pitch black.

#### Embodiment 2

A mixed power consisting of 90 wt% of aluminum powder

of a purity of 99% and an average powder diameter of 1.8  $\mu\text{m}$ , 7 wt% of NbC powder of an average powder diameter of 1  $\mu\text{m}$ , 0.2 wt% of  $\text{Y}_2\text{O}_3$ , 0.8 wt% of  $\text{TiO}_2$ , and 2 wt% of  $\text{ZrO}_2$  was added with 3 wt% of resin binder and was mixed in an alumina pot mill using water as the solvent for 24 hours.

The slurry was then dried into pellets and formed under a hydrostatic pressure of 2000  $\text{kg}/\text{cm}^2$ . The formed material is then sintered in an environment of He gas at a temperature of 1700°C for two hours. The bulk density of thus obtained sintered material was 97.6% of the theoretical density, Young's modulus was  $4.1 \times 10^4 \text{ kgf}/\text{mm}^2$ , the bending strength is 46  $\text{kgf}/\text{mm}^2$ , and the color was pitch black.

#### Embodiment 3

A mixed power consisting of 95 wt% of aluminum powder of a purity of 99.9% and an average powder diameter of 0.8  $\mu\text{m}$ , 3 wt% of TiC-TiN solid solution (50:50) powder of an average powder diameter of 1  $\mu\text{m}$ , 0.1 wt% of  $\text{Y}_2\text{O}_3$ , and 2 wt% of  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  was added with 3 wt% of resin binder and was mixed in an alumina pot mill using water as the solvent for 24 hours.

The slurry was then dried into pellets and formed under a hydrostatic pressure of 2000  $\text{kg}/\text{cm}^2$ . The formed material is then sintered in an environment of Ar gas at a temperature of 1500°C for two hours. The bulk density of thus obtained sintered material was 98.1% of the theoretical density, Young's modulus was  $3.9 \times 10^4 \text{ kgf}/\text{mm}^2$ , the bending strength is 48  $\text{kgf}/\text{mm}^2$ , and the color was pitch black.

#### Embodiment 4

Aluminum powder of a purity of 99.9% and an average powder diameter of 0.5  $\mu\text{m}$  was added with a raw material shown in Table 1 and 3 wt% of resin binder and was mixed in an alumina pot mill using water as the solvent for 24 hours.

The slurry was then dried into pellets and formed under

a hydrostatic pressure of 2000 kg/cm<sup>2</sup>. The formed material is then sintered in an environment of Ar gas at various specified temperatures for two hours. The bulk densities, Young's moduli, and color were as shown in Table 1.

5 Comparative example

Aluminum powder of a purity of 99.9% and an average powder diameter of 0.5  $\mu$ m was added with a raw material shown in Table 2 and 3 wt% of resin binder and was mixed in an alumina pot mill using water as the solvent for 24 hours.

10 The slurry was then dried into pellets and formed under a hydrostatic pressure of 2000 kg/cm<sup>2</sup>. The formed material is then sintered in an environment of Ar gas at various specified temperatures for two hours. The bulk densities, Young's moduli, and color were as shown in Table 2.

15

Table 1

Composition (weight parts)			Baking temperature (°C)	Theoretical density ratio (%TD)	Young's modulus ( $\times 10^4$ kgf/mm <sup>2</sup> )	Color
TiC 10	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0.5	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 1	1800	97.1	3.8	Black
ZrC 0.5	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0.1	MgO 0.2 ZrO <sub>2</sub> 3.0	1700	98.8	3.9	Black-gray
HfC 5	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0.2 TiO <sub>2</sub> 2.0	ZrO <sub>2</sub> 1.0	1550	98.2	4.0	Black
TiC-TiN 0.2	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0.3 SiO <sub>2</sub> 2.0	MgO 0.5	1450	99.0	4.2	Gray
TiC-TiN 2	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0.1 SiO <sub>2</sub> 4.0	MgO 0.1 Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0.8	1550	99.1	3.6	Black
TaC 8	TiO <sub>2</sub> 1.0 CaO 2.0	ZrO <sub>2</sub> 3.0	1600	97.8	4.0	Black
TiC 5	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0.5 TiO <sub>2</sub> 1.0	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 2.0 ZrO <sub>2</sub> 1.5	1500	98.9	4.1	Black

\* The remainder of the components is alumina



Table 2 (Comparative case)

Composition (weight parts)			Baking temperature (°C)	Theoretical density ratio (%TD)	Young's modulus ( $\times 10^4$ kgf/mm <sup>2</sup> )	Color
TiC 30	0	0	1800	92.1	3.2	Black
TiC 5	SiO <sub>2</sub> 10 TiO <sub>2</sub> 5	MgO 1.0	1800	97.8	2.7	Black
0	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0.1 SiO <sub>2</sub> 2.0	MgO 0.5	1550	99.1	3.6	White
Co-Mn-Fe pigments 5	SiO <sub>2</sub> 4.0	MgO 0.5	1500	98.0	3.5	Faint brown (foaming)
TiCN 0.08	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0.5 TiO <sub>2</sub> 1.0	MgO 0.2	1600	98.8	3.9	White-gray

\* The remainder of the components is alumina

#### Effect of the invention

5        The invention provides a method of producing black colored alumina sintered material with high rigidity without recourse to high pressure sintering process using the Hot Press method and the HIP method, which is widely applicable to the productions of high rigidity materials for precision  
10 machinery and components of optical devices using laser, ultraviolet rays, etc.

Agent: Patent Attorney Masao INOUE

⑫ 公開特許公報(A) 平4-50161

⑬ Int. Cl.<sup>5</sup>  
C 04 B 35/10

識別記号 庁内整理番号  
Z 8924-4G  
E 8924-4G

⑭ 公開 平成4年(1992)2月19日

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全4頁)

⑮ 発明の名称 高剛性黒色アルミナ焼結体の製造方法

⑯ 特 願 平2-155053

⑰ 出 願 平2(1990)6月15日

⑱ 発 明 者 菅 原 潤 福岡県北九州市八幡西区東浜町1-1 黒崎窯業株式会社  
内

⑲ 発 明 者 橋 本 克 己 福岡県北九州市八幡東区枝光1-1-1 新日本製鐵株式  
会社八幡製鐵所内

⑳ 出 願 人 新日本製鐵株式会社 東京都千代田区大手町2丁目6番3号

㉑ 出 願 人 黒崎窯業株式会社 福岡県北九州市八幡西区東浜町1番1号

㉒ 代 理 人 弁理士 井上 雅生

明 細 書

1. 発明の名称

高剛性黒色アルミナ焼結体の製造方法

2. 特許請求の範囲

1.  $TiC$ 、 $TiC-TiN$  固溶体、 $NbC$ 、 $ZrC$ 、 $HfC$ 、 $TaC$  の1種または2種以上を0.2～10wt% 含み、残部が実質的にアルミナ及び焼結助剤からなる混合粉末を、非加圧の不活性雰囲気中で1400～1900℃の温度で焼結し、色調が黒色であることを特徴とする、高剛性黒色アルミナ焼結体の製造方法。

2. 焼結助剤として $Y_2O_3$ 、 $TiO_2$ 、 $CaO$ 、 $MgO$ 、 $Cr_2O_3$ 、 $SiO_2$ 、 $ZrO_2$  の1種または2種以上を0.1～5 wt%、添加することを特徴とする特許請求の範囲第1項記載の高剛性黒色アルミナ焼結体の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

産業上の利用分野

本発明は、黒色で高剛性なアルミナ焼結体の製造方法に関する。黒色で高剛性なアルミナ焼結体は、その高剛性・低比重・色調からエアースライ

ダーや各種X-Yテーブル等の精密摺動部材に広く適用できる。

また、レーザー装置や紫外線露光装置等の光関連装置では精密性から高剛性・低比重、反射の問題から黒色系着色が求められており、これらの装置の部品として広く適用できる。

従来の技術

アルミナ焼結体を着色する技術としては、CrやCo元素を添加するとそれぞれ、あずき白、青色に着色するが、黒色系の色調は得られない。

また、黒色系色調を持つセラミックスとしては陶磁器用顔料を添加した焼結体が例えば「セラミックス」18(1983) No5にまとめられている。この文献によればCo-Cr-Fe、Co-Mn-Fe、Co-Mn-Cr-Fe、Co-Ni-Cr-Fe、Co-Ni-Mn-Cr-Fe系等が黒色顔料として、またSn-Sb系、Zr-Si-Co-Ni系等が灰色顔料として紹介されている。これらの陶磁器は非常に低剛性で金属に対して優位性が発揮されない。

また、これらの顔料は高温では不安定な物質

で、あまり高温で焼成すると反応が起きて発泡現象が起きたり、発色しなくなったりしてしまう。

そのため、陶磁器等の低温で焼成する焼結体には良いが、アルミナのように1400℃以上の高温で焼成する焼結体には使用出来ない。

そこで、アルミナを低温焼成するために10wt%以上の多量のガラス成分を添加した焼結体もあるが、この焼結体はガラス相成分が多い為に、一般に $2.0 \sim 3.0 \times 10^4 \text{ kgf/mm}^2$ という低剛性なアルミナ焼結体になってしまう。

更に、黒色のセラミックスとしては炭化珪素や黒セラ（アルミナ-TiC系）がある。黒セラ系では例えば、特開昭51-6109にH P（ホットプレス）で製造するアルミナ-TiC-TiN焼結体が、特開昭51-6210にH I P（熱間等方加圧焼結）で製造するアルミナ-TiC（15~80wt%）- $\text{Y}_2\text{O}_3$ （0.039~1.575 wt%）焼結体が開示されている。

また、黒色系（灰色）セラミックスとしては窒化珪素やサイアロンがある。

発明が解決しようとする課題

TaCの1種または2種以上の添加量は、10wt%以上ではアルミナの焼結を阻害し、常圧焼結では十分緻密な焼結体を得られず、剛性を低下させる。また、0.2 wt%以下では黒色の着色が不十分になり、また、アルミナ粒の粗大化を助長し、機械的性質を劣化させる。

この添加量は特に0.5 wt%~5 wt%が最も好ましく十分な黒色の色調を保有し、緻密で高剛性のアルミナ焼結体を得られる。

原料に使用する粉体の粒度はその焼結性の面から平均粒径 $5 \mu\text{m}$ 以下である事が好ましい。それ以上の粒度の粉体では十分緻密な焼結体は得られず、そのため充分に高い剛性が得られない場合がある。

焼結助剤としては $\text{Y}_2\text{O}_3$ 、 $\text{TiO}_2$ 、CaO、MgO、 $\text{Cr}_2\text{O}_3$ 、 $\text{SiO}_2$ 、 $\text{ZrO}_2$ の1種または2種以上を全体重量の0.1~5 wt%添加する事が好ましい。0.1 wt%以下では充分な密度が得られなくなり、また5 wt%を超えると焼結体のヤング率が低下する。

$\text{Y}_2\text{O}_3$ は少量で効果を発揮し0.1~1 wt%の添加

このようにアルミナを黒色系統に着色するのは難しく、また、黒色系統（灰色）に着色できたとしても、ヤング率が $3 \times 10^4 \text{ kgf/mm}^2$ 以下と低剛性（低ヤング率）になってしまう。

前記の黒色系セラミックスの炭化珪素や窒化珪素・サイアロンは原料がアルミナの10倍以上と非常に高価である。

また黒セラの場合、その焼結にはH P・H I P等の加圧焼結が必要となり焼結費用が高くなってしまふという問題がある。

課題を解決するための手段

上記の問題点は、TiC、TiC-TiN固溶体、NbC、ZrC、HfC、TaCの1種または2種以上を0.2~10wt%含み、残部が実質的にアルミナ及び焼結助剤からなる混合粉体を非加圧の不活性雰囲気中1400~1800℃の温度範囲で焼結する事により解決される。

また、このようにすれば高剛性の黒色アルミナ焼結体が低価格で得られる。

TiC、TiC-TiN固溶体、NbC、ZrC、HfC、

量が好ましい。 $\text{TiO}_2$ は0.5~5 wt%の添加量が好ましく5 wt%以上では異常粒成長の原因となり好ましくない。

CaO、 $\text{SiO}_2$ も0.5~3 wt%の添加で焼結助剤として有効に働くがそれ以上の添加は生成されるガラス成分が多くなり、剛性が低下するので好ましくない。

MgO、 $\text{Cr}_2\text{O}_3$ 、 $\text{ZrO}_2$ はアルミナの粒成長抑制剤として有効に働く、TiC、TiC-TiN固溶体、NbC、ZrC、HfC、TaCの添加もアルミナの粒成長抑制剤として働くので、これらの酸化物粒成長抑制剤と複合して使用する事が望ましい。

その添加量はMgOで0.05~1 wt%、 $\text{Cr}_2\text{O}_3$ で0.3~5 wt%、 $\text{ZrO}_2$ で1~5 wt%が好ましい。

焼結温度は上記の焼結助剤が十分多く、TiC、TiC-TiN固溶体、NbC、ZrC、HfC、TaCが少ない時には低温で緻密に焼結できるが1400℃未満では十分に緻密化しない。また、1900℃超では焼結助剤の発泡現象が発生したり、アルミナ自体が還元反応を起こしたりする。

焼結は不活性雰囲気、即ちHe、Ar等のガス中で非加圧で焼結する。窒素や水素等の活性ガス雰囲気では反応が起き好ましくない。

このようにして製造された焼結体は黒色の色調をもち、高いヤング率を有する。一般的に焼結助剤の少ない領域では $3.8 \sim 4.2 \times 10^4 \text{ kgf/mm}^2$ と高いヤング率を持つ。焼結助剤、特に $\text{TiO}_2$ 、 $\text{SiO}_2$ が3～5 wt%含む場合はヤング率が $3.5 \sim 3.8 \times 10^4 \text{ kgf/mm}^2$ と比較的低くなる。

以下、実施例によって本発明を具体的に説明する。

#### 実施例 1

純度99.9%、平均粒径 $0.5 \mu\text{m}$ のアルミナ粉末98.5重量部、平均粒径 $1 \mu\text{m}$ の $\text{TiC}$ 粉末1重量部、 $\text{Y}_2\text{O}_3$  0.5重量部、 $\text{TiO}_2$  2重量部によりなる混合粉体に樹脂バインダー3重量部を加え、水を溶媒としてアルミナポットミル中で24時間混合した。

このスラリーを乾燥造粒し、静水圧 $2000 \text{ kg/cm}^2$ で成形した。得られた成形体をArガス中で昇温し、 $1400^\circ\text{C}$ で2時間焼結した。得られた焼結体の

2重量部によりなる混合粉体に樹脂バインダー3重量部を加え、水を溶媒としてアルミナポットミル中で24時間混合した。

このスラリーを乾燥造粒し、静水圧 $2000 \text{ kg/cm}^2$ で成形した。得られた成形体をArガス中で昇温し、 $1500^\circ\text{C}$ で2時間焼結した。得られた焼結体の嵩密度は理論密度の98.1%、ヤング率は $3.8 \times 10^4 \text{ kgf/mm}^2$ 、曲げ強度は $48 \text{ kgf/mm}^2$ で色は真っ黒であった。

#### 実施例 4

純度99.9%、平均粒径 $0.5 \mu\text{m}$ のアルミナ粉末に表1に示す原料粉末を混合し樹脂バインダー3重量部を加え、水を溶媒としてアルミナポットミル中で24時間混合した。

このスラリーを乾燥造粒し、静水圧 $2000 \text{ kg/cm}^2$ で成形した。得られた成形体をArガス中で昇温し、それぞれの温度で2時間焼結した。得られた焼結体の嵩密度と、ヤング率、色調を表1に示す。

比較例

嵩密度は理論密度の98.7%、ヤング率は $4.0 \times 10^4 \text{ kgf/mm}^2$ 、曲げ強度は $45 \text{ kgf/mm}^2$ で色は真っ黒であった。

#### 実施例 2

純度99%、平均粒径 $1.8 \mu\text{m}$ のアルミナ粉末90重量部、平均粒径 $1 \mu\text{m}$ の $\text{NbC}$ 粉末7重量部、 $\text{Y}_2\text{O}_3$  0.2重量部、 $\text{TiO}_2$  0.8重量部、 $\text{ZrO}_2$  2重量部によりなる混合粉体に樹脂バインダー3重量部を加え、水を溶媒としてアルミナポットミル中で24時間混合した。

このスラリーを乾燥造粒し、静水圧 $2000 \text{ kg/cm}^2$ で成形した。得られた成形体をHeガス中で昇温し、 $1700^\circ\text{C}$ で2時間焼結した。得られた焼結体の嵩密度は理論密度の97.6%、ヤング率は $4.1 \times 10^4 \text{ kgf/mm}^2$ 、曲げ強度は $46 \text{ kgf/mm}^2$ で色は真っ黒であった。

#### 実施例 3

純度99.9%、平均粒径 $0.8 \mu\text{m}$ のアルミナ粉末95重量部、平均粒径 $1 \mu\text{m}$ の $\text{TiC}-\text{TiN}$ 固溶体(50:50)粉末3重量部、 $\text{Y}_2\text{O}_3$  0.1重量部、 $\text{Cr}_2\text{O}_3$

純度99.9%、平均粒径 $0.5 \mu\text{m}$ のアルミナ粉末に表2に示す原料粉末を混合し樹脂バインダー3重量部を加え、水を溶媒としてアルミナポットミル中で24時間混合した。

このスラリーを乾燥造粒し、静水圧 $2000 \text{ kg/cm}^2$ で成形した。得られた成形体をArガス中で昇温し、それぞれの温度で2時間焼結した。得られた焼結体の嵩密度と、ヤング率、色調を表2に示す。

(以下余白)

表 1

配合 (重量部)			焼成温度 (°C)	理論密度比 (%TD)	ヤング率 $\times 10^4$ kgf/mm <sup>2</sup>	色 調
TiC	10	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0.5 Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 1	1800	97.1	3.8	黒色
ZrC	0.5	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0.1 HfO 0.2 ZrO <sub>2</sub> 3.0	1700	98.8	3.9	黒灰色
HfC	5	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0.2 TiO <sub>2</sub> 2.0	1550	98.2	4.0	黒色
TiC-TiN	0.2	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0.3 SiO <sub>2</sub> 2.0	1450	99.0	4.2	灰色
TiC-TiN	2	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0.1 SiO <sub>2</sub> 4.0 Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0.8	1550	99.1	3.8	黒色
TaC	8	TiO <sub>2</sub> 1.0 CaO 2.0	1800	97.8	4.0	黒色
TiC	5	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0.5 TiO <sub>2</sub> 1.0 Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 2.0 ZrO <sub>2</sub> 1.5	1500	98.9	4.1	黒色

※配合の表記入以外の残部はアルミナ

1112

表 2 (比較例)

配合 (重量部)			焼成温度 (°C)	理論密度比 (%TD)	ヤング率 $\times 10^4$ kgf/mm <sup>2</sup>	色 調
TiC	30	0	1800	92.1	3.2	黒色
TiC	5	SiO <sub>2</sub> 10 TiO <sub>2</sub> 5	1800	97.8	2.7	黒色
0	0	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0.1 SiO <sub>2</sub> 2.0	1550	99.1	3.6	白色
Co-Mn-Fe 炭素	5	SiO <sub>2</sub> 4.0 HfO 0.5	1500	98.0	3.5	薄茶色 (発泡)
TiCN	0.08	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0.5 TiO <sub>2</sub> 1.0	1600	98.8	3.9	白灰色

※配合の表記入以外の残部はアルミナ

## 発明の効果

本発明はホットプレスやHIP等の加圧焼結を必要としない、高剛性の黒色系アルミナ焼結体の製造方法を提供するものであり、精密機械用の高剛性素材の製造やレーザー・紫外線等の光装置関連部品の製造に広く応用可能である。

代理人弁理士 井 上 雅 生